

**PAT-NO:** JP360159013A  
**DOCUMENT-IDENTIFIER:** JP 60159013 A  
**TITLE:** MANUFACTURE OF HARD PLASTIC LENS  
**PUBN-DATE:** August 20, 1985

**INVENTOR-INFORMATION:**

NAME	COUNTRY
ITOI, EIJI	
KUBOTA, SHIGETAKA	
MATSUDA, KAZUYOSHI	

**ASSIGNEE-INFORMATION:**

NAME	COUNTRY
ASAHI GLASS CO LTD	N/A

**APPL-NO:** JP59014484  
**APPL-DATE:** January 31, 1984

**INT-CL (IPC):** B29 C 039/38 , C08 F 018/18 , C08 J 005/00 , G02 B 001/04

**US-CL-CURRENT:** 264/1.6

**ABSTRACT:**

**PURPOSE:** To improve the scuff resistance without lowering the productivity, by adding an organic peroxide type crosslinking agent, a silane coupling agent and an inorganic fine powder followed by heating to effect the polymerization.

**CONSTITUTION:** A polymerization initiator is added to diethylene glycol bisallyl carbonate followed by stirring to prepare a preparation liquid, and after an organic peroxide type crosslinking agent, a silane coupling agent, and an inorganic fine powder are added to the liquid followed by stirring, the mixture is cast in a cell, and is heated to effect the polymerization thereby molding a plastic lens. The surface hardness of the thus obtained rigid plastic lens has a pencil hardness of 8H or more, which is excellent. Occurrence of defective polymerization by the polymerization by heating can be minimized, the yield of the product can be improved, and the cost can be reduced.

**COPYRIGHT:** (C)1985,JPO&Japio

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭60-159013

⑤ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和60年(1985)8月20日

B 29 C 39/38

7722-4F

C 08 F 18/18

6946-4J

C 08 J 5/00

7446-4F

G 02 B 1/04

8106-2H

// B 29 K 55:00

4F

B 29 L 11:00

4F

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 硬質プラスチックレンズの製造方法

⑮ 特 願 昭59-14484

⑯ 出 願 昭59(1984)1月31日

⑰ 発 明 者 糸 井 永 治 福井市下荒井町33-2

⑱ 発 明 者 窪 田 重 孝 鯖江市舟津町2-4-21

⑲ 発 明 者 松 田 和 義 入間市東町1-4-6

⑳ 出 願 人 旭硝子株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

㉑ 代 理 人 弁理士 内 田 明 外1名

## 明 細 書

とする特許請求の範囲第1項及び第2項記載  
の硬質プラスチックレンズの製造方法。

## 1. 発明の名称

硬質プラスチックレンズの製造方法

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は、ジエチレングリコールビスアリルカーボネートを注型し、加熱重合せしめて成形する硬質プラスチックレンズの製造方法に関し、更に詳しくは、ジエチレングリコールビスアリルカーボネートに重合開始剤、有機過酸化物系架橋剤、シランカップリング剤及び無機質微粒子粉末を添加して加熱重合せしめる硬質プラスチックレンズの製造方法に関する。

一般に、プラスチック、例えばポリ(ジエチレングリコールビスアリルカーボネート)、ポリメチルメタクリレート、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリ塩化ビニルなどの透明性プラスチックは透明性に加えて、自身の持つ軽量、易加工性及び耐衝撃性などの利点を活かして各種光学部品の分野に応用され、特にプラスチックレンズとして、眼鏡レンズ、カメラレンズ、プロジェクターレンズ、フレネルレンズ、自動

## 2. 特許請求の範囲

1. ジエチレングリコールビスアリルカーボネートに重合開始剤を加えて注型し、加熱重合せしめてプラスチックレンズを成形する製造方法において有機過酸化物系架橋剤、シランカップリング剤及び無機質微粒子粉末を添加し、加熱重合せしめることを特徴とする硬質プラスチックレンズの製造方法。
2. 有機過酸化物系架橋剤の添加量が0.01～3重量％、シランカップリング剤の添加量が0.01～1.5重量％、無機質微粒子粉末の添加量が0.005～0.7重量％であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の硬質プラスチックレンズの製造方法。
3. 無機質微粒子粉末が、無水シリカであつて、一価アルコール類を分散媒とすることを特徴

車前照射灯レンズ、その他のレンズに用途が拡大されている。

プラスチックレンズにおいて、その素材としてのポリメチルメタクリレートは量産成形が容易なことからサングラスに、ポリカーボネートは耐衝撃性に優れていることから保護帽などの安全眼鏡に、ポリ(ジエチレングリコールビスアリルカーボネート)は優れた透明性を有することから視力矯正用眼鏡レンズに主として用いられている。しかしながら、上記プラスチック素材はもとより、他のプラスチックにおいても、表面硬度が低いため傷がつき易く、また使用中の汚れから、その汚れを拭き取る時などに傷がつき、そのプラスチックの透明性が損なわれ、更にプラスチックが有する本来の機能を著しく低下せしめるという問題がある。

特にポリ(ジエチレングリコールビスアリルカーボネート)によつて成形されてなる眼鏡レンズにおいてはレンズ表面の擦傷は視度矯正用眼鏡レンズとして性能低下の本質的原因となる

チレングリコールビスアリルカーボネート)からなるプラスチックレンズの成形における加熱重合において、該ポリ(ジエチレングリコールビスアリルカーボネート)自身の硬度を高めて耐擦傷性を向上せしめ、更にレンズ成形の加熱重合に際し、重合欠点などによる生産性の低下を招かない製造方法について種々検討、研究を行なつた結果、本発明を完成するに至つたものである。

すなわち、本発明はジエチレングリコールビスアリルカーボネートに重合開始剤を加えて注型し、加熱重合せしめてプラスチックレンズを成形する製造方法において、有機過酸化物質系架橋剤、シランカップリング剤及び無機質微粒子粉末を添加し、加熱重合せしめることを特徴とする硬質プラスチックレンズの製造方法である。

従来より、ジエチレングリコールビスアリルカーボネートからなるプラスチックレンズの製造方法は注型法によつて行なわれていて、その製造工程はジエチレングリコールビスアリルカ

ことから、レンズ表面には、通常、耐擦傷性を有するハードコート被膜の形成が不可欠となっている。ハードコート被膜において、被膜材料としては、例えばメラミン系樹脂、多官能アクリル系重合体などに代表される有機系材料、あるいは有機シラン化合物を加水分解することによつて得られるポリシロキサンに代表される有機-無機系材料などが従来から知られていて、かかる材料をレンズ表面に塗布して硬化させ被膜を形成せしめている。また、シリカなどの無機材料を真空蒸着によつてレンズ表面に被膜を形成せしめる方法も知られている。かかるハードコート被膜材料及び被膜形成方法によつて形成されたハードコート被膜において、問題なのは、長期的使用において、レンズ表面との接着性が低下し、ハードコート被膜が剝離することであつて、耐久性に欠点を有することであり、更にハードコート被膜の形成処理に伴なり製造コストの増加である。

かかる現状に鑑み、本発明者は、ポリ(ジエ

ーボネートに重合開始剤を添加し、充分に攪拌して調製した調合液を、あらかじめプラスチック製ガasketによつてガラス製金型を組み込んだ成型型、すなわちセルに注入し、次に該調合液が充填されたセルを加熱炉に入れ数時間乃至数十時間、徐々に昇温加熱して、ジエチレングリコールビスアリルカーボネートを重合硬化せしめ、その後セルを加熱炉より取出し、プラスチック製ガasket及びガラス製金型を離形して、ポリ(ジエチレングリコールビスアリルカーボネート)からなるプラスチックレンズを製造している。

本発明は、かかる方法において、ジエチレングリコールビスアリルカーボネートに重合開始剤を加えて攪拌混合してなる調合液に、更に有機過酸化物質系架橋剤、シランカップリング剤及び無機質微粒子粉末を添加して攪拌混合せしめた後、セルに注型し、加熱重合せしめて、プラスチックレンズを成形する製造方法である。本発明における重合開始剤は、ジエチレングリコ

ールビスアリルカーボネートの重合に通常用いられるジイソプロピルパーオキシジカーボネートでよいが、その他の例えばジ-2-エチルヘキシルパーオキシジカーボネート、ジ-セカンダリーブチルパーオキシジカーボネート、ジ-ノルマル-プロピルパーオキシジカーボネート、ジメトキシイソプロピルパーオキシジカーボネート、ジ-2-エトキシエチルパーオキシジカーボネート、ビス(4-ターシャリーブチルシクロヘキシル)パーオキシジカーボネート、ターシャリーブチルパーオキシイソプロピルカーボネートなどのパーオキシカーボネート類あるいは、ベンゾイルパーオキサイド、ラウリルパーオキサイドなどに代表されるラジカル重合開始剤が使用できる。

本発明において、添加せしめる有機過酸化物系架橋剤としては、一般に市販されている有機過酸化物系架橋剤であつて、加熱重合に際し、架橋を促進せしめるものであれば特に限定されないが、成形されたプラスチックレンズが着色

されないものを選択すべきである。かかる架橋剤としては、例えば 1,1-ビスターシャリーブチルパーオキシ-3,3,5-トリメチルシクロヘキサン、ノルマル-ブチル-4,4-ビスターシャリーブチルパーオキシバレレート、2,2-ビスターシャリーブチルパーオキシブタンなどのパーオキシケタール類、ジターシャリーブチルパーオキサイド、ターシャリーブチルクミルパーオキサイド、ジクミルパーオキサイド、1,4-ビス(ターシャリーブチルパーオキシイソプロピル)ベンゼン、2,5-ジメチル-2,5-ジターシャリーブチルパーオキシヘキサンなどのジアルキルパーオキサイド類が挙げられ、1,1-ビスターシャリーブチルパーオキシ-3,3,5-トリメチルシクロヘキサンは好適に用い得るものの一つである。かかる有機過酸化物系架橋剤の添加は加熱重合過程において、ジエチレングリコールビスアリルカーボネートの架橋を進行せしめ、それによつて密度を増しつつ重合硬化されることから、成形されたプラスチックレン

ズの表面硬度は向上し、有機過酸化物系架橋剤を添加せしめることなく重合されたものに比較して約2倍の硬度を有している。しかしながらかかる有機過酸化物系架橋剤の添加によつて加熱重合せしめると重合時に重合欠点が発生する。すなわち、重合完結前にセルのガラス製金型から不完全硬化のレンズが剥離してしまい、ガラス製金型に設計されている正確なレンズ度数が該レンズに付与されないという不良品となり、製造歩留りを著しく低下せしめる原因となる。

本発明において、更にシランカップリング剤及び無機質微粒子粉末が添加されるが、これらは上記の如き重合欠点を解消するのに有用なものである。シランカップリング剤は、それ自身接着性を有するものではないが、例えばガラス、プラスチックなどの表面をシランカップリング剤によつて処理すると、該処理面に他の物質の接着が強固となるということは従来より良く知られている。本発明は、ジエチレングリコールビスアリルカーボネートにあらかじめシランカ

ップリング剤を添加せしめることによつて、重合時におけるガラス製金型からレンズの剥離を防止し、重合欠点の発生を抑止するものであつて、従来、かかる試みはなされていない。重合欠点の発生を抑止はシランカップリング剤のみで十分効果が発揮されるが、無機質微粒子粉末の併用は更に効果が高められる。

シランカップリング剤としては、一般市販品が用いられるが、例えばビニルトリクロルシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリス(2-メトキシエトキシ)シラン、ビニルトリアセトキシシラン、 $\gamma$ -クロロプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -アミノプロピルトリエトキシシラン、 $\gamma$ -(2-アミノエチル)アミノプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -メルカプトプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 $\beta$ -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -メタクリルオキシプロピルトリメトキシシランなどを挙

ることができる。

無機質微粒子粉末はシランカップリング剤と反応してシランカップリング剤の添加のみによるガラス製金型とレンズとの強い接着力を幾分弱める作用があつて、成形されたレンズをセルから取り出し易くする効果がある。無機質微粒子粉末としては、例えば超微粉末無水シリカが好適に用いられるが、他の超微粉末無水酸化チタン、超微粉末無水アルミナなどであつてもよい。かかる微粒子粉末は一価アルコール類、例えばメタノール、エタノールなどを分散媒として約30%分散させたものを使用する。アルコール類からなる分散媒はジエチレングリコールビスアリルカーボネートに溶解するが、重合には全く影響を与えない。

而して、本発明において、ジエチレングリコールビスアリルカーボネートに対する添加量は、重合開始剤については通常1~5重量%であるので、かかる範囲の添加量で十分である。次に有機過酸化物系架橋剤は0.01~3重量%、好

ましくは0.1~2重量%、シランカップリング剤は0.01~1.5重量%、好ましくは0.1~1重量%であつて、無機質微粒子粉末は0.005~0.8重量%、好ましくは0.01~0.5重量%となるように添加する。有機過酸化物系架橋剤を上記添加量の範囲を越えて添加すると、成形されたプラスチックレンズの表面硬度は向上するが、一方、重合欠点の発生が急増し、また、シランカップリング剤の添加量を増加するとセルからのレンズの離型が困難となり、更に無機質微粒子粉末の増量添加はレンズの光線透過率を低下せしめることから、いずれも上記の量を越える添加は好ましくない。

本発明の硬質プラスチックの製造方法において、注型成形による加熱重合条件は通常の場合、例えば調合液が充填されたセルを加熱炉に挿入し、16~40時間、60~90℃に徐々に昇温することによつて行なうことができる。かかる加熱重合条件によつて、ジエチレングリコールビスアリルカーボネートは重合硬化する。セ

ルのガラス製金型からプラスチックレンズを離型し、更に約115℃、1時間のアニーリングを行なうことによつてポリ(ジエチレングリコールビスアリルカーボネート)からなる硬質プラスチックレンズが得られる。

本発明に従つて製造された硬質プラスチックレンズの表面硬度は鉛筆硬度8H以上であつて、優れた硬度を有している。更に、本発明の製造方法に従えば、加熱重合による重合欠点の発生を減少せしめることが可能であり、製造歩留りが向上し、コスト低減に極めて有利となる。

以下に、本発明を実施例及び比較例により具体的に説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

尚、実施例及び比較例において重合欠点発生率とは、実験毎に、母数20枚に対する重合剥離などの発生率を示す。

#### 実施例、比較例

ジエチレングリコールビスアリルカーボネートに重合触媒として、ジイソプロピルパーオキ

シジカーボネート(パイロールIPP:日本油脂㈱製品)を3.5重量%添加し攪拌混合した調製液に、有機過酸化物系架橋剤として、1,1-ビスターシャリーブチルパーオキシ-3,3,5-トリメチルシクロヘキサノ-3-イル(パーヘキサ3M:日本油脂㈱製品)を0~2.5重量%の範囲で添加し、次いでシランカップリング剤として、ビニルトリクロルシラン(XB01003:信越化学工業㈱製品)を0~2.0重量%の範囲で添加し、更に超微粉末無水シリカをメタノールに約30%分散せしめてなる超微粉末無水シリカを0~1.0重量%の範囲となるように添加して、それぞれの添加量を第1表の如く組合せた調合液を、プラスチック製ガasketとガラス金型からなるレンズ成形用セルに充填した。調合液が充填されたセルを加熱炉に入れ、室温から徐々に10時間を費して90℃まで昇温し、90℃に約1時間保持した後、冷却し、セルのガラス金型から成形されたレンズを離型し、レンズ表面を洗浄した後、更に約110℃にて1

時間加熱してアニーリングを行ないレンズを得た。

得られたレンズの鉛筆硬度を測定し、また重合過程における重合欠点の発生率を求め、それらの結果を第1表に示した。

第 1 表

	実験 No	添 加 量 (重量%)				重合欠点 発生率(%)	鉛筆硬度	備 考
		I P P	パーヘキサ 3M	KB 1003	シリカ			
実 施 例	1	3.5	0.1	0.1	0.05	5	6 H	
	2	"	"	1.0	0.5	0	7 H	
	3	"	0.5	0.1	0.05	"	"	
	4	"	"	"	0.2	"	8 H	
	5	"	"	"	0.5	"	"	
	6	"	"	0.2	0.05	"	"	
	7	"	"	0.5	0.05	"	"	
	8	"	1.0	0.2	"	"	"	
	9	"	"	0.5	"	"	"	
	10	"	"	1.0	0.5	"	"	
	11	"	1.5	0.2	0.05	"	9 H	
	12	"	"	0.5	"	"	"	
	13	"	2.0	"	"	"	"	
	14	"	"	1.0	0.5	5	"	
比 較 例	1	3.5	0	0	0	0	2 H	
	2	"	"	2.0	"	20	"	離型困難
	3	"	1.0	0	"	10	6 H	
	4	"	"	"	1.0	0	8 H	光線透過率低下
	5	"	2.5	"	0	60	9 H	
	6	"	"	2.0	"	40	9 H	離型困難

注) IPP : 重合開始剤

パーヘキサ 3M : 有機過酸化物系架橋剤

KB 1003 : シランカップリング剤